



**PROJET D'APPUI A LA CERTIFICATION
ET
A LA COMMERCIALISATION DU CAOUTCHOUC CAMBODGIEN**

**Projet PRCC - Certification
Financement AFD convention n° CKH 3000 01 D**

**Appui à l'accréditation du Laboratoire National de Spécification
Cambodgien (NSL)**

Jérôme Sainte Beuve

6 au 11 Avril 2008

Remerciements

Je tiens à remercier le chef de projet – Monsieur Patrick Pierrat pour m’avoir permis de réaliser cette mission ainsi que les différents acteurs de la filière qui ont bien voulu me recevoir et avec qui j’ai pu m’entretenir. Je tiens à remercier tout particulièrement Kim Chandy – Deputy Quality Manager du NSL- pour l’organisation de cette mission ainsi que le Dr Yin Song Directeur du CRRRI - pour leur disponibilité et leur accueil très chaleureux. Je n’oublie pas Hun Kim San – Technical manager du NSL -, Che Pitou – Quality manager du NSL et Im Sopheary – Supervisor du NSL- sans qui cette mission n’aurait pu être aussi fructueuse.

Liste des abréviations

CRRRI	Cambodian Rubber Research Institut
CSR	Cambodian Specified Rubber
IRA	International Rubber Association
JODC	Japan Overseas Development Corporation
MIME	Ministère de l’industrie
NR	Natural Rubber
NSL	National Specification Laboratory
PRCC	Programme de Renforcement des Capacités Commerciales
RRIM	Rubber Research Institute of Malaysia
STR	Standard Thai Rubber
TSR	Technically Specified Rubber

Personnes rencontrées

- Mr CHHE Pitou, Quality manager du NSL
- Mlle IM Sopheary, Supervisor du NSL
- M Morimoto – JODC/Bridgestone
- M Chen Seng Heang – Directeur du Industrial Laboratory center of Cambodia
- Dr Phoeurng Sackona – Directrice de l'Institut de Technologie du Cambodge (ITC)
- Hun Kim Sam – Technical manager du NSL
- Hervé Conan - AFD

Emploi du temps

Samedi 5 Avril

Départ de Montpellier

Dimanche 6 Avril

Arrivé à Phnom Penh, Accueil par Kim Chandy

Lundi 7 Avril

9h 00 - Visite du laboratoire et discussion sur les derniers résultats des essais interlaboratoires

11H 30 - Réunion à l'AFD avec Hervé Conan

17H00 – Réunion à l'AFD avec M Morimoto, H. Conan, Kim Chandy, Kunthea , un représentant du JODC

Mardi 8 Avril

9h 00 – réunion au MIME

14 h 30 – Réunion avec Mme Sakona – directrice de l'ITC

15 h 30 – Rédaction d'un protocole pour la mesure de la teneur en impuretés

Mercredi 9 Avril

Mise en place, suivi et interprétation des essais sur la mesure des matières volatiles

Jeudi 10 Avril

Mise en place, suivi et interprétation des essais sur la mesure du taux d'impuretés

Point sur les procédures de calibration et les essais parallèles mises en place par le NSL

Vendredi 11 Avril

Débriefing avec le Dr Yin Song et Kim Chandy

Essais sur le dosage des impuretés

Départ pour Montpellier

Samedi 12 Avril

Arrivé à Montpellier

Résumé

L'objectif principal de cette mission était centré sur la reconnaissance du laboratoire nationale de Spécification (NSL) par l'IRA et l'amélioration des procédures afin que le NSL puisse rapidement être intégré dans le réseau international du « Round Robin Test » et donc être reconnu comme le Laboratoire national de référence Cambodgien pour le caoutchouc naturel.

Mots clé

- Caoutchouc naturel,
- Qualité,
- Normalisation,
- Accréditation,
- Certification,
- Essais inter-laboratoires
- Usinage,
- TSR.

Sommaire

1. INTRODUCTION.....	7
2. APPUI A L'ACCREDITATION INTERNATIONAL DU LABORATOIRE NATIONAL DE SPECIFICATION (NSL) : ANALYSE ET DISCUSSION SUR LES ESSAIS PARALLELES AVEC L'IRA, COMPARAISON DES METHODES SMR ET ISO....	8
2.1 - Analyse et discussion sur les essais parallèles avec l'IRA	8
2.2 - Comparaison des méthodes ISO et SMR	9
2.3 - Discussion sur les analyses dont les procédures pourraient être améliorées. ...	10
2.3.1 - Dosage des matières volatiles.....	10
2.3.2 - Dosage des impuretés.....	14
3. FORMATION EN METROLOGIE, CALIBRATION DES EQUIPEMENTS DE MESURE POUR LE PERSONNEL DU LABORATOIRE ET DES LABORATOIRES DES USINES	17
3.1 - Visite au MIME – Ministère de l'Industrie, des Mines et de l'Energie	17
3.2 - La calibration	18
4. FORMATION SUR L'AUDIT DU LABORATOIRE ET LA CERTIFICATION.....	18
5. ELABORATION D'UN GUIDE DE BONNES PRATIQUES DE L'USINAGE DU CAOUTCHOUC	19
6. RENFORCEMENT DES RESSOURCES HUMAINES.....	19
7. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	19

Annexe 1 - Comparaison des essais interlaboratoires entre le Cirad et le CRR

Round Robin Test - Mars 2008

Annexe 2 - Dosage des matières volatiles

Annexe 3 - Dosage des impuretés

Annexe 4 - Cartographie des températures des deux plaques chauffantes

Annexe 5 - Guide des bonnes pratiques d'usinage

1. Introduction

SOFRECO s'est vu confier une mission d'assistance technique par le Ministère du Commerce du Royaume du Cambodge, pour la réalisation d'un contrat de prestation de services intitulé « Consulting services for Cambodian rubber international certificate insurance and commercialization support », financé par l'Agence Française de Développement.

Cette mission a été réalisée dans le cadre de ce projet dénommé « Appui à la certification et la commercialisation du caoutchouc Cambodgien » (projet PRCC).

Les termes de référence de la mission étaient :

- 1) Appui à l'accréditation internationale du laboratoire national de spécification (NSL) : analyse et discussion sur les essais parallèles avec l'IRA, comparaison des méthodes SMR et ISO.
- 2) Formation en métrologie, calibration des équipements de mesure pour le personnel du laboratoire et des laboratoires des usines
- 3) Formation sur l'audit du laboratoire et la certification
- 4) Contribution à la rédaction d'un guide des bonnes pratiques d'usinage
- 5) Etude sur les règles de certification et d'enregistrement du caoutchouc naturel dans les pays de la sous région
- 6) Réunion avec l'expert du JODC pour définir les actions de l'expert japonais en vu de continuer les missions d'appui initiées durant le projet PRCC

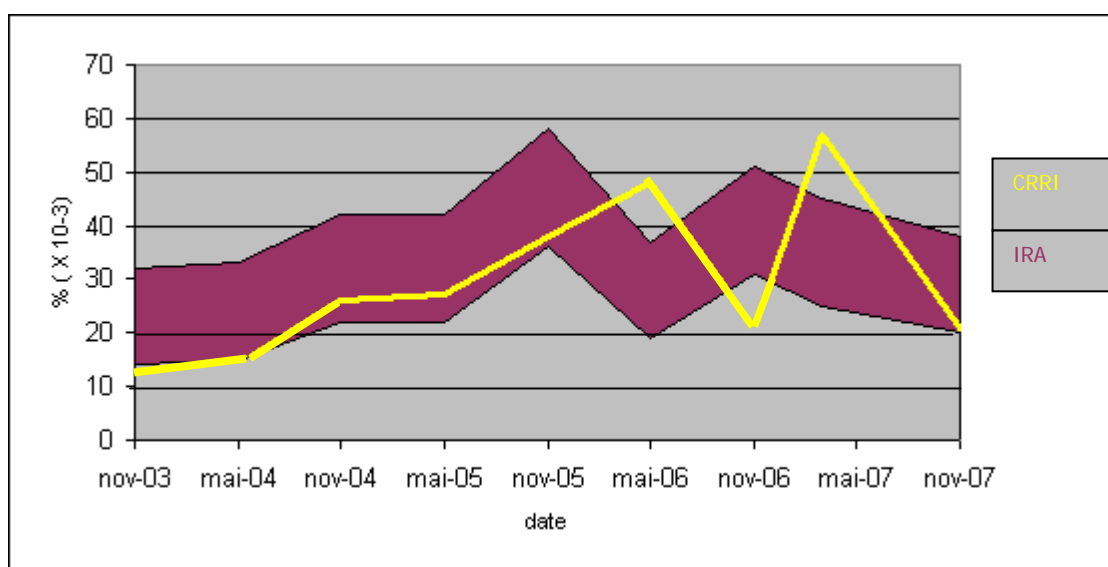
2. Appui à l'accréditation international du laboratoire national de spécification (NSL) : analyse et discussion sur les essais parallèles avec l'IRA, comparaison des méthodes SMR et ISO

2.1 - Analyse et discussion sur les essais parallèles avec l'IRA

La visite du laboratoire, opérationnel depuis mi octobre 2007, nous a permis de constater que le nouveau laboratoire était clair et spacieux ; les tâches sont bien organisées entre les salles chaudes et les salles froides. L'accréditation ISO 17 025 en cours a permis de structurer ce laboratoire et de mettre en place une organisation très efficace.

Nous avons pu faire le point sur les résultats trouvés depuis novembre 2003 pour les essais inter laboratoires réalisés dans le cadre des « Roud Robin Tests ». Une analyse semble présentée, en moyenne, des résultats un peu plus faible que la moyenne des autres laboratoires : la teneur en impuretés. Comme on peut le voir sur le graphique 1 la sous évaluation des impuretés est parfois contrebalancée par des surévaluations montrant ainsi un procédé qui n'est pas encore totalement maîtrisé.

Graph 1 : Comparaison des teneurs en impuretés entre le CRRI et l'IRA

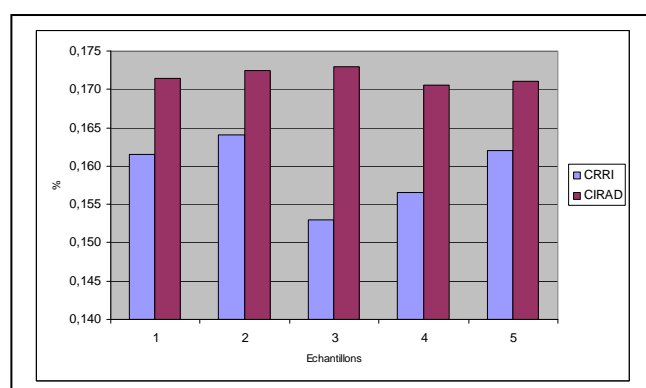
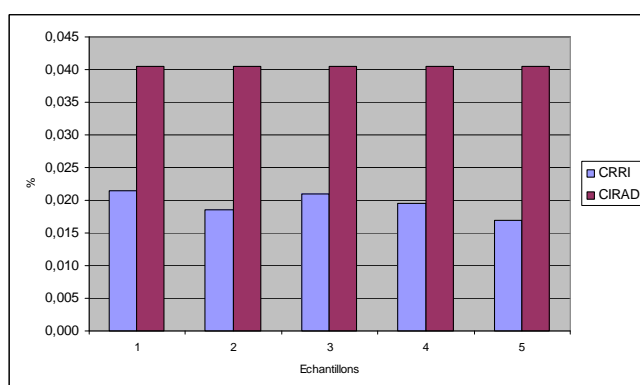


Lors du dernier essai inter laboratoire organisé dans le cadre du « Roud Robin Test » en Mars 2008 dont les résultats n'ont pas encore été publiés lors de la rédaction de ce rapport nous avons revu en détail les six analyses qui sont consignés en annexe 1 avec en comparaison ceux trouvés par le Cirad. On peut voir une légère différence en particulier sur le dosage des impuretés et les matières volatiles ce qui s'était déjà produit lors des derniers essais concernant la mesure du taux d'impuretés. Nous verrons au § 2.3 les améliorations à apporter.

Le graphique 2 ci-dessous montre les différences trouvées, entre le Cirad et le CRRI, concernant la moyenne des échantillons de teneur en impuretés équivalentes –

échantillons AA et AD d'une part et AB et AE d'autre part. Cette représentation permet de visualiser des différences importantes pour de faibles valeurs de teneur en impuretés mais peu importantes pour des valeurs plus hautes. D'autre part on remarque aussi des dispersions non négligeables pour des fortes teneurs en impuretés qui sont du même ordre de grandeur que la différence entre le Cirad et le CRRI.

Graph 2 : Teneur en impuretés – moyenne des échantillons AA et AD pour le graphe de gauche et AB et AE pour le graphe de droite.



2.2 - Comparaison des méthodes ISO et SMR

Plusieurs normes sont utilisées pour la spécification du caoutchouc naturel sous forme de granulés compactés (TSR) ; parmi les plus importantes utilisées on peut citer :

- * ISO 2000 : International Standard Organization, la norme internationale ;
- * SMR : Standard Malaysian Rubber, norme Malaise qui a fixé des règles nationales malaises dès les années 60 ;
- * ASTM : American Society for Testing and Materials, norme originaire des Etats-Unis, très proche de la norme internationale.

Ces Normes, qui diffèrent par leurs contenus, c'est-à-dire par les procédures décrites devant être appliquées pour apprécier tel ou tels critères, peuvent entraîner des différences significatives sur les valeurs des critères mesurés.

D'autres normes nationales ont été mises en place par les autres grands pays producteurs comme la Thaïlande - Standard Thai Rubber (STR).

Ces différentes normes – sauf la Norme ISO 2000- procurent deux types d'informations :

- les procédures d'analyses des critères de qualité
- les valeurs seuils de ces critères déterminant des grades de caoutchouc.

La Norme ISO 2000 est en réalité un guide de spécification qui décrit donc uniquement des procédures d'analyses. La principale différence avec la Norme Malaise réside dans la procédure de préparation des échantillons qui est un peu plus contraignante pour la structure du caoutchouc pour la Norme ISO 2000 et qui a des répercussions sur les résultats des analyses.

Pour les essais inter laboratoires de type « Round Robin test » il est bien spécifié au départ quel type de procédures doivent suivre les laboratoires.

Les Normes servent de guide méthodologique pour la mesure des critères de qualité mais n'apportent pas de notions sur les bonnes pratiques de laboratoire, par exemple sur l'étalonnage des équipements. C'est pourquoi les laboratoires peuvent s'ils le souhaitent, mettre en place un système de gestion de la qualité de type ISO 9001, ISO 17 025, etc. ... mais qui ne sont pas obligatoires.

2.3 - Discussion sur les analyses dont les procédures pourraient être améliorées.

Une synthèse des résultats trouvés lors des essais inter laboratoires des années précédentes a permis de montrer des différences significatives concernant la mesure de la teneur en impuretés - le laboratoire du NSL trouvant systématiquement des valeurs plus faibles - et dans une moindre mesure le dosage des matières volatiles. Concernant cette mesure elle serait sur le point d'être résolue. Nous avons donc profité de cette mission pour écrire plusieurs protocoles de façon à améliorer les deux procédures d'analyse.

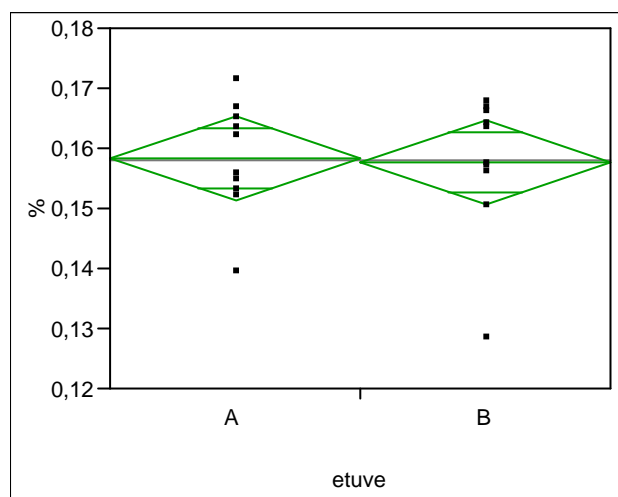
2.3.1 - Dosage des matières volatiles

Deux protocoles ont été rédigés pour quantifier l'influence de facteurs externes qui pourraient influencer sur les résultats d'analyse. Parmi l'ensemble de ces facteurs nous avons retenu le type d'étuve utilisé pour sécher les échantillons et le type de refroidissement qui diffère entre le NSL et le RRIM.

a/ Influence du type d'étuve.

Le NSL utilise deux étuves différentes pour sécher les échantillons pour le dosage des matières volatiles. Un protocole a donc été mis en place dont vous trouverez le texte en annexe 2 ainsi que le tableau de résultats pour mesurer l'impact du type d'étuve. Le graphe 3 ci-dessous montre que les moyennes trouvées pour chacune des deux étuves ne sont pas significativement différentes.

Graphe 3 : Comparaison des moyennes des deux étuves – dosage des matières volatiles

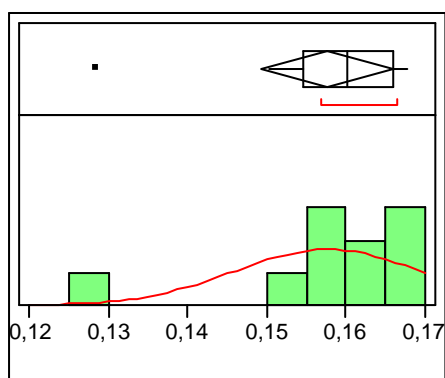


Analyse de Variance

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Prob > F
Etuve	1	0,00000231	2,306e-6	0,0207	0,8871
Error	18	0,00200101	0,000111		
C. Total	19	0,00200332			

Par contre sur deux fois 10 échantillons prélevés sur une même balle de grade Latex (L) un présente une valeur anormalement basse montrant une dispersion inhabituelle (graphe 4). Ce point aberrant peut provenir soit d'une hétérogénéité de l'échantillon de départ, le procédé n'est pas en cause ce qui paraît peu probable soit d'une dispersion des contraintes thermodynamiques à l'intérieur de l'étuve B. Le positionnement des échantillons à l'intérieur de l'étuve pourrait donc avoir une influence. Il convient donc de refaire cet essai (20 échantillons si possible pour augmenter la validité du test statistique) en notant précisément la position des échantillons dans l'étuve et de répéter cet essai trois fois.

Graphe 4 : Distribution des valeurs après passage dans l'étuve B (en % de matières volatiles)



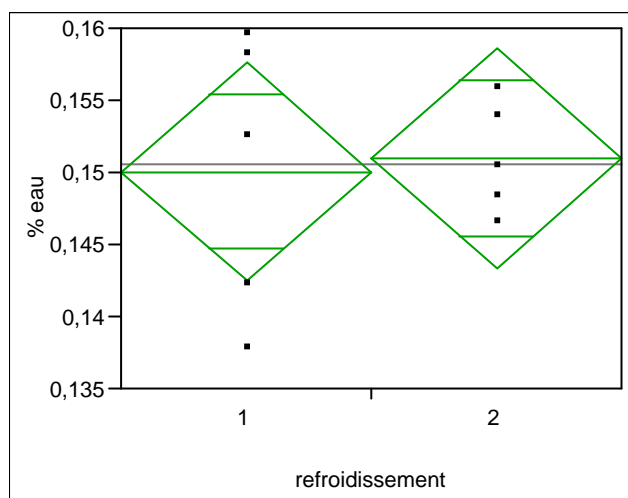
b/ Influence du refroidissement des échantillons

Lors de la visite des deux techniciennes du RRIM au NSL, ces dernières ont rappelé la procédure utilisée par le RRIM pour le refroidissement des échantillons après leur sortie de l'étuve, différente de celle habituellement utilisée au Cambodge.

Le RRIM laisse sécher les échantillons à l'air libre dans une pièce du laboratoire pendant une demi-heure alors que le NSL les met à refroidir dans un dessiccateur pendant une heure de façon à ce que cela ne dépende pas de l'environnement extérieur – température et hygrométrie de la pièce du laboratoire – ce qui est conforme à la Norme ISO 248.

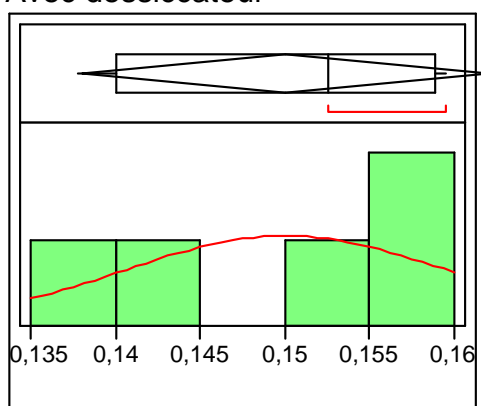
Nous avons donc voulu tester l'influence de ce type de refroidissement dans les conditions du laboratoire climatisé du NSL. Le protocole et les résultats sont en annexe 2. Il semblerait que la procédure utilisée par le RRIM, testée dans les conditions du laboratoire du NSL, améliore, non pas la moyenne qui reste identique mais la dispersion des mesures comme on peut le voir sur le graphe 5 et 6. Toutefois cette première analyse portait sur 10 échantillons seulement.

Graphe 5 : Comparaison des moyennes des deux types de refroidissement – répétition 1

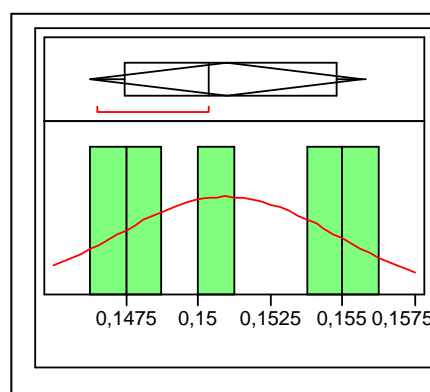


Graphe 6 : Distribution des valeurs de matières volatiles avec les deux types de refroidissement – répétition 1

Avec dessiccateur

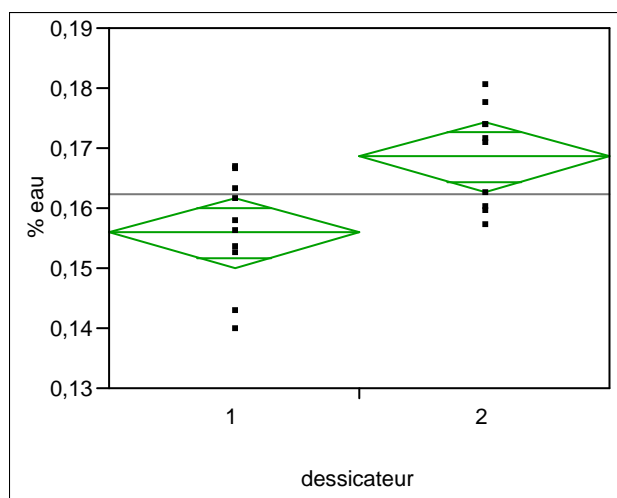


Sans dessiccateur



C'est pourquoi le lendemain nous avons entrepris de faire une deuxième répétition avec vingt échantillons à partir de la même balle de caoutchouc. Les résultats figurent en annexe 2. Comme on peut le voir sur le graphe 7 les moyennes obtenues avec les deux types de refroidissement sont différents au sens statistique. Logiquement les échantillons refroidis à l'air contiennent plus d'eau que ceux refroidis au dessiccateur. Comme précédemment la dispersion des valeurs des matières volatiles est légèrement plus faible avec un refroidissement à l'air libre comme on peut le voir sur le graphe 8. Cette deuxième répétition apporte des nouveaux éléments qui n'avaient pu être appréciés lors de la première répétition. Il convient donc de refaire une troisième répétition avec au moins vingt échantillons.

Graphe 7 : Comparaison des moyennes des échantillons refroidis avec dessiccateur – (1) et sans dessiccateur(2)

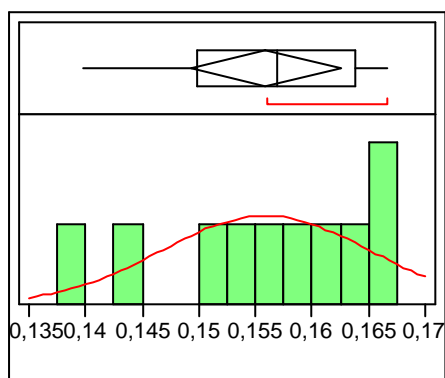


Analyse de variance

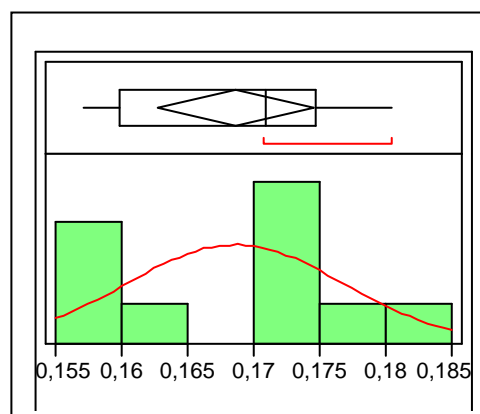
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio	Prob > F
Dessiccateur	1	0,00080380	0,000804	10,5239	0,0045
Error	18	0,00137481	0,000076		
C. Total	19	0,00217861			

Graphe 8 : Dispersion des valeurs des matières volatiles obtenues avec dessiccateur (1) et sans dessiccateur (2)

Avec dessiccateur



Sans dessiccateur



Bien entendu cet essai préliminaire devra faire l'objet d'une confirmation avec un nombre plus important d'échantillons – 20 minimum. Une comparaison avec les résultats trouvés par le Cirad permettra une deuxième validation.

2.3.2 - Dosage des impuretés

Comme on a pu le voir au paragraphe 2.1 cette procédure doit être améliorée rapidement de façon à pérenniser la précision de cette mesure et donc l'accréditation du NSL.

Ce dosage, dont le principe est décrit dans toutes les Normes de Spécification nationales ou internationale sur le Caoutchouc, demande une certaine adaptation en fonction de l'environnement du laboratoire – produits chimiques utilisés, équipement, etc... Tout d'abord il faut rappeler que les écarts entre les valeurs trouvés par le NSL et la moyenne des valeurs trouvées par l'ensemble des autres laboratoires se situent uniquement avec des échantillons très propres possédant donc une très faible quantité d'impuretés de l'ordre de 0,02 % équivalent à 1 ou 2 mg voire moins. D'autre part la dissolution du caoutchouc naturel dans un solvant n'est pas une réaction chimique facile et a fait l'objet de nombreuses études. Il peut se former un gel (plus ou moins insoluble) qui dépendra de plusieurs paramètres - type de solvant, durée de mise en solution, etc. ...En effet la Norme prescrit que la solution doit passer à travers un tamis de 44 μm ce qui nécessite qu'elle soit parfaitement limpide. Cette dissolution est une fonction du solvant, de la température de la solution et de la durée. Il faut donc trouver le meilleur compromis entre ces trois paramètres en fonction des contraintes de chaque laboratoire afin de s'assurer que le tamis de 44 μm retienne uniquement des impuretés et non pas des petits agrégats de caoutchouc mal dissous.

Pour améliorer la procédure actuelle un protocole a été écrit et des essais réalisés dont vous trouverez les résultats en annexe 3.

Deux paramètres ont été étudiés qui nous semblent jouer un rôle important dans la précision des mesures :

- influence du trempage des tamis ; l'influence du trempage des tamis après filtration a été étudiée pour essayer de quantifier le caoutchouc qui resterait collé au tamis

- influence de l'homogénéité de la température de la solution, en effet la Norme Malaise préconise l'utilisation de lampes à infrarouge – une pour chaque erlenmeyer ce qui garantit une température homogène entre chaque erlen, tous les erlens étant à même distances des lampes. Cette pratique n'est pas recommandée par le Cirad pour des raisons de sécurité, en effet si un erlen présente un défaut la solution de caoutchouc risque de s'échapper, de tomber sur une ampoule électrique et de provoquer une explosion. Nous recommandons l'utilisation d'une plaque chauffante. Cette étude a pour but de s'assurer de l'homogénéité de la température des solutions placées sur les deux plaques chauffantes utilisée par le NSL.

a/ influence du trempage des tamis

Comme on peut le voir sur les résultats en annexe 3 les valeurs trouvées ne peuvent faire l'objet d'une interprétation statistique permettant de quantifier l'influence du trempage des tamis. Par contre le fait de trouver des valeurs négatives, c'est-à-dire que les tamis neufs et propres auraient une masse supérieure à ceux ayant des impuretés montrent que les tamis de départ doivent être obligatoirement lavés avant leur utilisation. Ceci est confirmé par la répétition 2 – annexe 3 – qui fait apparaître sur deux essais à blanc une perte de masse des tamis uniquement lors du passage d'une solution pure de white spirit.

b/ influence de l'homogénéité de la température de la solution.

La température atteinte par les solutions dans chaque erlenmeyer au bout de deux heures trente a été mesurée pour avoir une image de l'homogénéité de la température sur une même plaque chauffante. Les résultats sont consignés en annexe 4 et font apparaitre des grandes dispersions comme on peut le voir sur le graphe 9 ci-dessous, les écarts pouvant atteindre 30 °C au sein d'une même plaque.

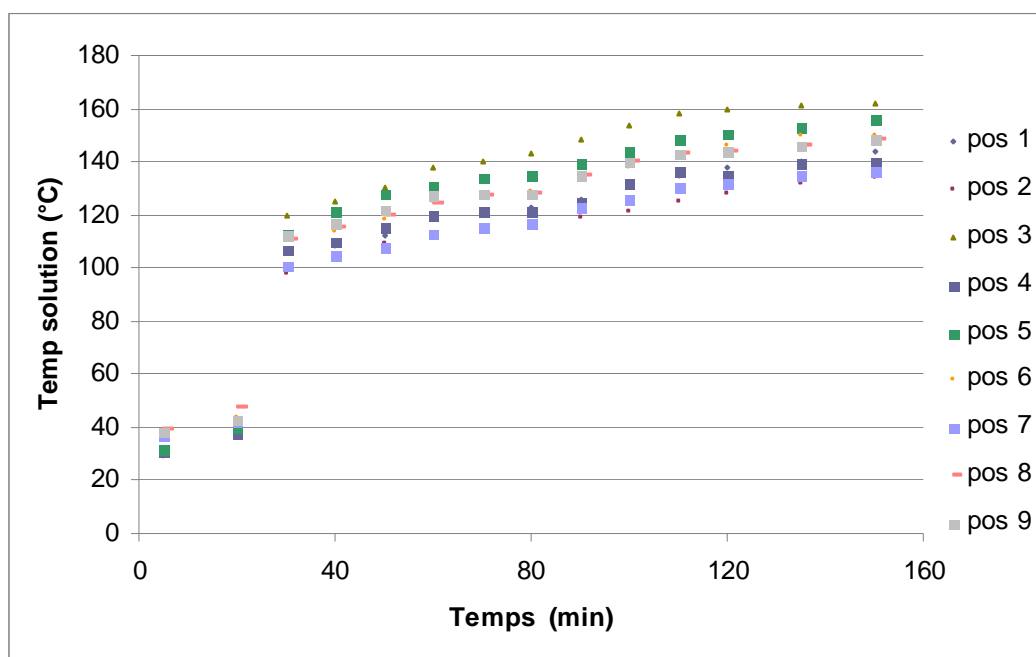
Graphe 9 : Cartographie des températures des deux plaques chauffantes – température atteinte au bout de 150 minutes

Plaque 1							
Réglage 3							
< 140 °C							
140-150 °C							
150-160 °C							
160 -170 °C							
> 170 °C							
Plaque 2							
Réglage 3							
< 140 °C							
140-150 °C							
150-160 °C							
160 -170 °C							
> 170 °C							

La solution utilisée par le NSL qui consiste à déplacer les erlenmeyers dès que la solution de caoutchouc se met à bouillir ne parait pas être répétable et en aucune façon relevant d'une démarche scientifique.

De même les cinétiques de montée en température montrent que la température de consigne est atteinte uniquement au bout de deux heures comme on peut le voir sur le graphe 10 ci-dessous.

Graphe 10 : Cinétique de température de la plaque 1 – bouton réglage 3



Les positions mentionnées sur le graphe 10 correspondent au schéma de l'annexe 4.

Recommandations

Concernant les procédures

Il convient de reprendre les principaux facteurs susceptibles de faire varier la teneur en impuretés.

- * prélever un échantillon de 20 g et non pas de 10 g comme le suggère la Norme ISO 249 ainsi la quantité d'impuretés sera plus grande et la pesée sera moins sujette à des variations dépendant de phénomènes extérieurs ;

- * Vérifier que la solution de peptisant utilisé est à la bonne concentration

- * Maitriser la température de mise en solution : 125-130°C recommandée par la Norme ISO 249. Il faut éviter d'utiliser un appareil et des conditions susceptibles de provoquer des surchauffes locales.

- * Nettoyer les tamis neufs. En effet même si les tamis de 44 µm sont neufs et proviendraient du même fournisseur que celui du RRIM en Malaisie il est possible qu'il soit contaminé par des produits qui pourraient se dissoudre au contact du solvant. Il est donc nécessaire de les laver – ½ h à 100°C dans une solution de white spirit, suivie par ½ heure dans une solution de Teepol puis rincé à l'eau avant d'être séché dans un dessiccateur.

- * Concernant le solvant il est recommandé d'acheter, au moins pour les essais du Round Robin Test, du « terpentine » recommandé par les malais. Ceci n'exclut pas de continuer les études sur le white spirit plus facile à trouver au Cambodge et beaucoup moins cher. Ainsi on s'affranchira, pour le moment d'un paramètre.

* Concernant la température de la solution et la durée de mise en solution il est nécessaire de trouver le bon compromis. Nous recommandons d'acheter des plaques chauffantes qui délivrent une température homogène sur toute la surface de la plaque.

La création d'une base de données regroupant tous les résultats des analyses réalisées au laboratoire est indispensable. Il est nécessaire que le logiciel créé spécialement pour créer les certificats de spécification puisse permettre d'enregistrer en même temps les données numériques dans une base de données de type Excel afin de pouvoir établir des synthèses annuelles, le rapport annuel mais aussi les études statistiques nécessaire au suivi de la production et à l'amélioration des procédures.

3. Formation en métrologie, calibration des équipements de mesure pour le personnel du laboratoire et des laboratoires des usines

3.1 - Visite au MIME – Ministère de l'Industrie, des Mines et de l'Energie

Grâce à un rendez vous pris par Kim Chandy avant notre arrivée nous avons pu visiter le laboratoire national de métrologie du Cambodge – Industrial Laboratory Center of Cambodia (ILCC). L'objectif de cette visite était de mieux appréhender la problématique de la calibration des équipements positionnés au CRRRI à travers les compétences déjà présentes au Cambodge.

Les bâtiments abritant ce laboratoire sont tous neufs et le matériel que nous avons pu apercevoir est très récent et vient d'être financé par l'UNIDO avec heureusement un solide programme d'accompagnement- au Sri Lanka- pour former les techniciens qui devront se servir de ces équipements.

Le laboratoire est subdivisé en trois parties :

- microbiologie
- chimie
- métrologie

Trente six personnes travaillent actuellement dans ce laboratoire. Les trois sections ne sont pas encore toutes opérationnelles, le personnel est encore en formation et les machines ne sont pas encore en état de fonctionner.

Concernant la partie qui nous intéresse plus particulièrement – la métrologie- elle est subdivisée en six sous-sections :

- Pression
- Thermomètre
- Masse
- Volume
- Electricité
- Dimension

Seules les 4 premières sous sections semblent fonctionnées. Les appareils destinés à la métrologie sont installés et des techniciens semblent formés pour s'en servir.

Ce laboratoire reconnu au niveau national Cambodgien n'est pas encore accrédité ISO 17 025, la procédure d'accréditation est en cours. Cependant une grande partie des appareils du NSL peuvent être calibrés par cet organisme national :

- manomètre pour la presse
- thermomètres
- balances – poids étalon

Une demande particulière a été faite pour calibrer le thermomètre qui régule la température de l'étuve PRI. Une visite des techniciens de l'ILCC au laboratoire du NSL pourrait permettre d'avancer sur ce problème. Par contre ce laboratoire n'est pas encore instrumenté pour mesure des débits d'air.

Il semblerait que peu d'organismes Cambodgiens utilisent les services et les compétences de ce laboratoire ce qui est fort dommage. Le NSL pourrait s'appuyer sur ce laboratoire pour acquérir des compétences en métrologie et participer à la calibration de certains appareils. Cependant il paraît nécessaire que le NSL contrôle parfaitement cette procédure et soit conscient des retombées sur les analyses qui seront réalisées au NSL.

Avant d'organiser de façon pérenne un appui du laboratoire référence –ILCC- au NSL il conviendra de vérifier que l'environnement de ce laboratoire permette bien de réaliser des essais de métrologie. Le jour de notre visite il n'y avait pas d'électricité dans ce quartier, tous les appareils étaient donc à la température et à l'humidité relative de l'extérieur.

3.2- La calibration

Aujourd'hui tous les thermomètres – thermocouple – ont déjà été vérifiés par l'ILCC (en 2006) ainsi que les poids étalons servant pour étalonner les balances du laboratoire du NSL. Il convient de réaliser maintenant :

- recommencer la procédure d'étalonnage des thermomètres – durée de la certification 1 an
- recommencer la procédure d'étalonnage des poids étalons – durée de la certification 2 ans
- étalonnage des deux manomètres pour la presse – couleur-
- étalonnage du micromètre pour la calibration de l'écartement des cylindres du mélangeur
- vérification des dimensions des ouvertures du tamis- on prendra un échantillon au hasard qui sera envoyé au laboratoire d'ILCC
- vérifier l'évolution des disques de couleur servant de référence pour la mesure de la couleur. On prendra contact avec la société qui a fabriqué ces disques de façon à connaître le référentiel : longueur d'onde ? par transmission ou réflexion ? etc....
- étalonnage du thermomètre de l'étuve PRI par l'ILCC – chaque année.

4. Formation sur l'audit du laboratoire et la certification

Les attestations de formation pour les trois personnes du laboratoire – Kim Chandy, Hun Kim San, In Sopeary – ont été remises au NSL comme demandé.

Les essais parallèles avec les laboratoires des usines – Chup, Krek, Snoul, Memot, Chamcr Andong, ont débuté dès 2005 à raison de 4 tests par an. Les résultats des essais ont été envoyés à chaque laboratoire montrant des dispersions importantes entre chaque laboratoire. Il convient maintenant que des commentaires écrits et des recommandations puissent être rédigés par le NSL et envoyés à chaque laboratoire concerné suivi d'une ou plusieurs visites afin de remédier aux dispersions constatées. Une analyse critique sur les moyennes, écarts types, valeur du Z score et K score est indispensable. Des stages de formation pourraient même être organisés au NSL sur les analyses qui présentent des dispersions importantes comme les impuretés, le PRI ou les matières volatiles.

5. Elaboration d'un guide de bonnes pratiques de l'usinage du caoutchouc

Au Cambodge la situation peut se résumer ainsi : actuellement la majeure partie du caoutchouc est usinée sous forme de latex pour produire des grades de type L et 3. Les procédures d'usinage peuvent être améliorées pour mieux valoriser ces deux produits. Mais les équipements sont présents en règle général. Pour préparer l'avenir il semble nécessaire de proposer des procédures pour pouvoir fabriquer des nouveaux grades à haute valeur ajoutée à partir de latex comme le 3 CV par exemple. Des compléments d'équipement sont nécessaires. Enfin l'émergence du secteur villageois va obliger les usiniers à revoir entièrement leur chaîne de fabrication – équipements et procédures - pour fabriquer et exporter du grade 10. Cette évolution des pratiques demande un effort d'adaptation de tous les acteurs de cette filière – planteurs villageois, intermédiaires, remillers, transporteurs, etc ..Un point important qui nécessitera un effort de la part des petits planteurs réside dans les règles de propreté lors de la collecte et le stockage avant son transport en usine.

Un nouveau document a été rédigé figurant en annexe 5 qui doit pouvoir servir de base pour les usiniers mais aussi pour les auditeurs du CRRRI.

Sur ce thème la coopération japonaise à travers le JODC finance un expert japonais pendant deux ans pour améliorer les techniques d'usinage et donc la qualité du caoutchouc exporté.

6. Renforcement des ressources humaines

Nous avons pu rencontrer la directrice de l'Institut de Technologie du Cambodge (ITC) – Mme Phoeurng Sackona - avec Kim Chandy, un ancien élève de l'ITC.

Le départ de Teck Meil du CRRRI destiné à faire les audits des usines de production de caoutchouc et formé pour cela, fragilise les compétences du NSL dans ce domaine. Il semblerait que depuis son départ en Septembre 2007 le NSL n'ait pas cherché à le remplacer. Cette défaillance en ressources humaines compétentes pourrait commencer à se résoudre si le CRRRI tissait des liens plus étroits avec des institutions cambodgiennes qui possèdent des compétences comme l'Université Royal d'Agronomie (URA) et l'ITC par exemple. Malgré le fait que Kim Chandy ait passé plusieurs années sur les bancs de l'ITC aucune visite, aucun échange n'a été réalisé entre ces deux institutions. Nous recommandons vivement que le Dr Yin Song rende visite à la directrice de l'ITC pour lui expliquer la situation du caoutchouc naturel au Cambodge, les enjeux pour le pays et les compétences à trouver. De nombreux stagiaires de niveau master du département chimie demandent des stages chaque année, il serait dommage que le CRRRI n'en profite pas. Cela permettrait de tester les individus pendant quelques mois avant de songer à parfaire leur formation et les embaucher si l'occasion venait à se présenter.

7. Conclusions et perspectives

Cette mission a permis de faire le point sur les procédures de certification engagées par le NSL au Cambodge. Les essais inter laboratoires organisés sous l'égide de l'IRA – Round Robin Test – auxquels le NSL participe en tant que membre invité montrent que tous les résultats trouvés par le NSL sont conformes à l'ensemble des résultats trouvés par les autres laboratoires participant à ce Round Robin Test sauf pour la teneur en impuretés qui reste toujours un peu faible. La procédure d'analyse

de matières volatiles pourrait être aussi améliorée, deux protocoles sont proposés. Concernant l'évaluation de la teneur en impuretés il conviendra d'améliorer cette analyse pour les prochains tests parallèles. Nous recommandons d'intervenir en trois points :

- achat et utilisation de nouvelles plaques chauffantes garantissant l'homogénéité des températures des solutions,
- la mise en place d'essais parallèles mensuels entre le Cirad et le NSL jusqu'en novembre 2008 date des prochains tests organisés par l'IRA,
- la mise en place, l'analyse et les recommandations de protocoles spécifiques pour résoudre les écarts constatés sur le dosage des impuretés – compromis température, durée de mise en solution - et le dosage des matières volatiles (réf § 2.3.1). Des protocoles seront envoyés par le Cirad, adaptés en fonction des contraintes par le CRRRI puis réalisés et enfin analysés conjointement par le CRRRI et le Cirad. Ceci doit permettre de déboucher sur des nouvelles recommandations pour les procédures d'analyses.

En fonction des résultats des différents essais mis en place jusqu'en Octobre 2008 une mission d'appui technique au NSL sera effectuée à cette époque. Le planning ci-dessous résume les activités à réaliser d'ici la fin de l'année :

Actions recommandées

	Mai	Juin	Juillet	Aout	Septembre	Octobre	Novembre
Commande et achat plaque chauffante	Kim Sam	Kim Sam					
et terpentine par le NSL	Kim Sam	Kim Sam					
1 essai parallèle impuretés			K S/In So				
2ième essai parallèle impuretés				K S/In So			
3 ième essai parallèle impuretés					K S/In So		
4 ième essai parallèle impuretés						K S/In So	
Protocole matière volatile 1:							
Place des échantillons dans l'étuve			Kim Sam				
Protocole matière volatile 2:							
comparaison séchage air et dessiccateur			Kim Sam				
Protocole impuretés 1 :							
comparaison tamis lavé/non lavé		Kim Sam					
Protocole impuretés 2 :							
optimisation temps/température avec white spirit		Kim Sam					
Protocole impuretés 3 :							
optimisation temps/température avec terpentine		Kim Sam					
Protocole impuretés 4 :							
Cartographie de la température des solutions		Kim Sam					
Création base de données							Kim Sam
Tests parallèles avec l'IRA							Kim Sam
Mission expert cirad (si nécessaire)						FB	

Les essais parallèles avec les laboratoires des usines en vu de leur accréditation sont parfaitement organisés par le NSL – 12 tests ont déjà été réalisés à ce jour- et montrent une certaine dispersion des résultats parmi les laboratoires participants. Un véritable dialogue devrait s’instaurer entre les laboratoires des usines et le NSL après chaque test afin d’améliorer les procédés d’analyses. Des recommandations voire des sessions de formation doivent pouvoir être organisées avec les équipes de techniciens des laboratoires présentant des résultats trop éloignés de ceux trouvés par le NSL.

Afin que le NSL continue d’améliorer ces procédures d’analyses il est nécessaire qu’il puisse disposer de bases de données qui rassemble tous les résultats d’analyses du laboratoire et utiliser des outils de statistique performants. Cette base devra pouvoir être alimentée par le logiciel de saisie des données pour la certification du caoutchouc cambodgien et aussi par les résultats des nombreux essais qui sont et seront réalisés.

La calibration des appareils de mesure est en bonne voie et devrait être assurée de façon pérenne par le laboratoire national de métrologie mais aussi en interne grâce à une formation adaptée.

Le projet PRCC devrait prendre fin en 2008 ; une suite doit être envisagée pour pérenniser les acquis actuels et pouvoir remplir tous les objectifs de départ. Cette suite pourrait prendre la forme d’un projet de renforcement des compétences au niveau régional dans le domaine de la Qualité. En effet, en Asie du Sud Est, des pays nouvellement confrontés aux contraintes du commerce international dans le domaine du caoutchouc naturel – Laos, Cambodge - ont intérêt à échanger et bénéficier de l’expérience de ceux qui le pratiquent depuis plus longtemps – Vietnam et surtout Thaïlande. Cet échange de connaissances entre pays de la même sous région pouvant éventuellement être appuyés par des apports d’autres pays est la base fondatrice d’une plateforme de compétence en partenariat (PCP) que le Cirad est en train de créer avec des partenaires thaïlandais en Thaïlande.

Cette suite, centrée sur la qualité du caoutchouc naturel et son management, pourrait prendre la forme de séminaires de formation organisés dans chacun des 4 pays sur des thématiques bien précises comme la métrologie, l’utilisation de l’outil statistique à l’usage du management de la qualité, la notion de la qualité pour les différents acteurs de la filière, la notion de « lot », l’accréditation des laboratoires, etc ...Il conviendra de s’assurer que les principaux acteurs intervenant dans le processus de la Qualité participent activement à ce programme en particulier au niveau des petits planteurs, des traders, des laboratoires autorisés et du NSL.

Planning de la mission
Project PRCC
Mission of J. Sainte- Beuve
2008

	April 5	April 6	April 7	April 7	April 8	April 8	April 9	April 9	April 10	April 10	April 11	April 11	April 12
	Saturday	Sunday	Monday	Monday	Tuesday	Tuesday	Wednesday	Wednesday	Thursday	Thursday	Friday	Friday	Saturday
			AM	PM	AM	PM	AM	PM	AM	PM	AM	PM	AM
Departure from Montpellier													
Arrival in Phnom Penh - Welcome by K. Chandy													
Briefing with Dr Yin Song and Kim Chandy													
Meeting with Mr Morimoto and H. Conan - AFD Office													
Accreditation of the NSL: analysis and discussion of the last results of the parallel test : analysis of the procedure of dirt													
and volatil matter, comparison SMR/ISO													
Training in metrology, calibration of measuring equipment for the staff of the NSL : planning, frequency, cost													
visit to the MIME and ITC													
calibration of the roller mill													
Elaboration of a guide on technical conditions for rubber production and training session													
Study of certification and registration rules in neighbouring countries													
Debriefing with Dr Yin Song, visit of French Embassy													
Departure from Phnom Penh													
Arrival in Montpellier													

Annexe 1

Comparaison des essais interlaboratoires entre le Cirad et le CRRRI
Round Robin Test - Mars 2008

CRR I						CIRAD				
Impuretés										
SPECIMEN	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
AA	0,023	0,017	0,023	0,013	0,017	0,039	0,040	0,042	0,039	0,040
AD	0,02	0,02	0,019	0,026	0,017	0,042	0,041	0,039	0,042	0,041
AB	0,166	0,162	0,16	0,15	0,159	0,171	0,172	0,174	0,171	0,170
AE	0,157	0,166	0,146	0,163	0,017	0,172	0,173	0,172	0,170	0,172
Po										
SPECIMEN	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
CA	30,5	30,5	30	31	29,5	31,0	31,0	31,0	31,0	31,0
CD	30	31	30	30,5	30	31,0	31,0	31,0	30,5	31,0
CB	34,5	34	34	34,5	35	35,0	35,0	35,0	35,0	35,0
CE	34,5	34,5	34,5	34,5	34,5	34,0	34,5	34,0	35,0	35,0
PRI										
SPECIMEN						1	2	3	4	5
CA		71,7	à	74,6		77,4	74,2	77,4	77,4	77,4
CD		69,4	à	75,4		77,4	77,4	77,4	78,7	77,4
CB		78,6	à	83,6		82,9	82,9	82,9	82,9	82,9
CE		79,7	à	82,6		85,3	85,5	85,3	82,9	82,9

Matières volatiles								
SPECIMEN	1	2	3			1	2	3
BA	0,38	0,31	0,31			0,30	0,28	0,33
BD	0,33	0,37	0,37			0,32	0,34	0,38
BB	0,67	0,77	0,64			0,60	0,58	0,61
BE	0.64	0.66	0.76			0.63	0.63	0.58

Cendres								
SPECIMEN	1	2	3			1	2	3
GA	0,22	0,22	0,23			0,26	0,26	0,26
GD	0,23	0,21	0,23			0,27	0,25	0,26
GB	0,33	0,33	0,34			0,38	0,39	0,41
GE	0,39	0,34	0,35			0,37	0,39	0,41

Annexe 2

Dosage des matières volatiles

Protocole

Dosage des matières volatiles

Influence du type d'étuves de séchage

Démarche :

Comparaison des résultats obtenus au CRRI – Cambodge avec deux étuves différentes et au laboratoire du Cirad à Montpellier

On utilisera une matière première de départ la plus homogène possible disponible au NSL à savoir un morceau de balle de caoutchouc de type L.

Quantité de caoutchouc : 350 g

Type de caoutchouc : TSR L

500 g seront envoyés au Cirad Montpellier pour analyses en parallèle

Homogeneisation : type SMR : 6 passes à 27 \pm 2°C, friction 1 :1.4, ouverture 1.65 \pm 0.16 mm

Pesée 20 morceaux de 10 g avec une balance précise à 0,01 mg

Mise en plaque : 2 passes à Température ambiante, ouverture 0.33 \pm 0,05 mm

Mise en chauffe des deux étuves à 100 °C \pm 2 pendant 30 minutes

Mise en place des échantillons dans les deux étuves chaudes et séchage pendant 4 heures à 100 °C \pm 2 °C

- * 10 morceaux ont été placés dans l'étuve A

- * 10 morceaux ont été placés dans l'étuve B

A la sortie de deux étuves chaque échantillon a été placé dans un sachet en polyéthylène puis placé dans deux dessiccateurs – un pour chaque étuve - pendant 1 heure à température ambiante – 22 – 23 °C

Pesée chaque échantillon avec une balance précise à 0,01 mg après avoir retiré le sachet en polyéthylène

Tableau de résultats

Essai mat vol CRRI 7 avril 2008

Echantillon de L

Etuve	Numéro échantillon	Poids avant mise en plaque	Pesée après séchage en etuve et passage au dessiccateur		
		g	g	G	%
A	1	10,1696	10,153	0,0166	0,16323159
A	2	10,0206	10,0051	0,0155	0,15468136
A	3	10,059	10,0436	0,0154	0,15309673
A	4	10,0589	10,0436	0,0153	0,15210411
A	5	10,1788	10,1623	0,0165	0,16210162
A	6	10,1217	10,105	0,0167	0,16499205
A	7	10,1238	10,1097	0,0141	0,13927577
A	8	10,0835	10,0678	0,0157	0,15569991
A	9	10,1964	10,1794	0,017	0,16672551
A	10	10,2751	10,2575	0,0176	0,17128787
B	11	10,1818	10,1665	0,0153	0,15026813
B	12	10,0538	10,0381	0,0157	0,15615986
B	13	10,1044	10,0879	0,0165	0,1632952
B	14	10,13	10,1132	0,0168	0,16584403
B	15	10,3047	10,2885	0,0162	0,15720982
B	16	10,2778	10,2646	0,0132	0,12843215
B	17	10,0859	10,0691	0,0168	0,16656917
B	18	10,0675	10,0517	0,0158	0,15694065
B	19	10,0597	10,0432	0,0165	0,1640208
B	20	10,0796	10,0627	0,0169	0,16766538

**Protocole
Dosage des matières volatiles**

Influence du type de refroidissement

Démarche :

Comparaison des résultats obtenus au CRRI – Cambodge et ceux obtenus au RRIM avec un refroidissement en laboratoire

On utilisera le même caoutchouc que celui utilisé pour quantifier l'influence du type d'étuve.

Quantité de caoutchouc : 350 g

Type de caoutchouc : TSR L

Homogénéisation : type SMR : 6 passes à 27 \pm 2°C, friction 1 :1.4, ouverture 1.65 \pm 0.16 mm

Pesée 20 morceaux de 10 g avec une balance précise à 0,01 mg

Mise en plaque : 2 passes à Température ambiante, ouverture 0.33 \pm 0,05 mm

Mise en chauffe de l'étuve A à 100 °C \pm 2 pendant 30 minutes

Mise en place des échantillons dans l'étuve chaude et séchage pendant 4 heures à 100 °C \pm 2 °C

A la sortie de l'étuve chaque échantillon a été placé dans un sachet en polyéthylène puis :

- * 10 morceaux ont été placés dans un dessiccateur pendant 1 heure à température ambiante – 22 – 23 °C après avoir oté les sachets en polyéthylène

- * 10 morceaux ont été suspendus avec leur sachet dans une pièce du laboratoire non climatisé

Pesée chaque échantillon avec une balance précise à 0,01 mg après avoir retiré le sachet en polyéthylène

Résultats

1 ère répétition

Essai mat vol CRRI 8 avril 2008

Echantillon de L identique à celui du 7 Avril

			Poids avant mise en plaque	Pesée après séchage en etuve et passage au dessiccateur		
Etuve	N°	Séchage	g	g	g	%
A	1	1	10,0858	10,0719	0,0139	0,1378175
A	2	1	10,125	10,1106	0,0144	0,1422222
A	3	1	10,1546	10,1384	0,0162	0,1595336
A	4	1	10,1103	10,0943	0,016	0,1582545
A	5	1	10,0333	10,018	0,0153	0,1524922
A	6	2	10,0117	9,9963	0,0154	0,15382
A	7	2	10,0993	10,0845	0,0148	0,1465448
A	8	2	10,1124	10,0974	0,015	0,1483327
A	9	2	10,1738	10,1585	0,0153	0,1503863
A	10	2	10,0149	9,9993	0,0156	0,1557679
		Séchage en dessiccateur		1		
		Séchage à l'air libre pendant ½ heure		2		

2 ième répétition

Essai mat vol CRRI 10 Avril 2008

	Echantillon de L		Poids avant	Poids sec	Qté eau	Qté eau
Etuve	N°	Séchage	g	g	g	%
A	1	1	10,0561	10,0397	0,0164	0,1630851
A	2	1	10,0403	10,0236	0,0167	0,1663297
A	3	1	10,1947	10,1788	0,0159	0,1559634
A	4	1	10,1695	10,1539	0,0156	0,1533999
A	5	1	10,0781	10,0622	0,0159	0,1577678
A	6	1	10,0421	10,0268	0,0153	0,1523586
A	7	1	10,1628	10,1486	0,0142	0,1397253
A	8	1	10,1647	10,1502	0,0145	0,1426505
A	9	1	10,098	10,0817	0,0163	0,1614181
A	10	1	10,1465	10,1296	0,0169	0,1665599
A	11	2	10,2498	10,2337	0,0161	0,1570762
A	12	2	10,3503	10,3338	0,0165	0,1594157
A	13	2	10,2508	10,2344	0,0164	0,1599875
A	14	2	10,3053	10,2877	0,0176	0,1707859
A	15	2	10,2542	10,2357	0,0185	0,1804139
A	16	2	10,3455	10,3287	0,0168	0,1623894
A	17	2	10,3122	10,2939	0,0183	0,1774597
A	18	2	10,2557	10,2379	0,0178	0,173562
A	19	2	10,3	10,2821	0,0179	0,1737864
A	20	2	10,2236	10,2061	0,0175	0,1711726
		Séchage en dessiccateur		1		
		Séchage à l'air libre pendant ½ heure		2	= procédure malaise	

Annexe 3

Dosage des impuretés

Protocole

Amélioration du procédé de dosage des impuretés

Objectif : Evaluation de l'influence de la plaque chauffante et de la propreté des tamis sur le taux d'impuretés

Démarche :

- deux modalités
 - 1/ * trempage du tamis et de son support pendant 1 h à 100°C dans du white spirit
 - * pas de trempage
 - 2/ * chauffage sur une plaque chauffante 1 avec une certaine répartition thermique
 - * chauffage sur une plaque chauffante 2 avec une autre répartition thermique

Les essais seront réalisés en parallèle entre le laboratoire du CRRRI et le laboratoire du Cirad à Montpellier

On fera 5 répétitions avec 5 erlenmeyers

Quantité de caoutchouc : 400 g

Type de caoutchouc : TSR L

500 g seront envoyés au Cirad Montpellier pour analyses en parallèle

Homogénéisation : type SMR : 6 passes à 27 \pm 2°C, friction 1 :1.4, ouverture 1.65 \pm 0.16 mm

Pesée 20 morceaux de 20 g

Mise en plaque : 2 passes à Température ambiante, ouverture 0.33 \pm 0,05 mm

Pesée environ 10 g pour chaque morceau et découpe en 12 parties minimum

Préparer 20 erlenmeyers contenant 250 ml de white spirit accompagné de 1 ml de Kempep à température ambiante

Introduire 10 g (environ 12 morceaux) dans chacun des 20 erlenmeyers et laisser reposer 12 h à température ambiante

Numérotez les 20 erlenmeyers de 1 à 20

Préparer les tamis et peser avec leur support

Placer les 20 erlen sur les deux plaques chauffantes blanches à température ambiante et agiter

Brancher les plaques – bouton position 3

Au bout de 3 heures tester la fluidité avec une baguette de verre

Prendre l'erlen N° 5 et filtrer la solution, rincer l'erlen avec du white spirit chaud afin qu'il ne reste pas de caoutchouc, rincer le tamis et son support avec du white spirit chaud.

Déposer le tamis et son support sur un plateau d'aluminium équipé d'une feuille de papier pendant 2 minutes puis l'introduire dans une étuve à 100 °C pendant 1 heure. Placer dans un dessiccateur pendant 1 heure puis pesée.

Prendre l'erlen N° 8 et filtrer la solution, rincer l'erlen avec du white spirit chaud afin qu'il ne reste pas de caoutchouc, rincer le tamis et son support avec du white spirit chaud

Déposer le tamis et son support dans un grand becher avec du white spirit à température ambiante.

Une fois que l'ensemble des tamis et leur support ont servi pour la filtration chauffer le white spirit et les tamis pendant une heure

Déposer le tamis et son support sur un plateau d'aluminium équipé d'une feuille de papier pendant 2 minutes puis l'introduire dans une étuve à 100 °C pendant 1 heure. Placer dans un dessiccateur pendant 1 heure puis pesée.

On répétera chaque essai – trempage et non trempage – cinq fois.

Analyse des résultats

Répétition 1

essai impuretés CRR1 10 avril 2008

echantillon de L

Plaque	Position	Trempage	Poids après	Poids avant	Masse cc	Ecart	
			g	g	G	g	%
1	1	1	20,5781	20,5784	10,1695	-3,0 ^E -04	-2,9 ^E -05
1	2	2	22,3122	22,3049	10,2232	7,3 ^E -03	7,1 ^E -04
1	3	2	20,6981	20,6971	10,0628	1,0 ^E -03	9,9 ^E -05
1	4	2	22,0613	22,0615	10,1582	-2,0 ^E -04	-2,0 ^E -05
1	5	2	22,2728	22,2732	10,1983	-4,0 ^E -04	-3,9 ^E -05
1	6	1	22,6724	22,6729	10,1027	-5,0 ^E -04	-4,9 ^E -05
1	7	1	23,4923	23,4925	10,1987	-2,0 ^E -04	-2,0 ^E -05
1	8	1	22,2516	22,2518	10,1624	-2,0 ^E -04	-2,0 ^E -05
1	9	2	20,5054	20,5058	10,1527	-4,0 ^E -04	-3,9 ^E -05
1	10	1	21,5691	21,5685	10,1857	6,0 ^E -04	5,9 ^E -05
2	11	2	22,1109	22,1108	10,1948	1,0 ^E -04	9,8 ^E -06
2	12	2	23,5208	23,5204	10,1774	4,0 ^E -04	3,9 ^E -05
2	13	2	22,2717	22,2722	10,1658	-5,0 ^E -04	-4,9 ^E -05
2	14	1	21,9008	21,9009	10,3609	-1,0 ^E -04	-9,7 ^E -06
2	15	1	23,501	23,5009	10,1169	1,0 ^E -04	9,9 ^E -06
2	16	1	23,2891	23,2893	10,1418	-2,0 ^E -04	-2,0 ^E -05
2	17	1	23,2906	23,2911	10,1991	-5,0 ^E -04	-4,9 ^E -05
2	18	2	19,9184	19,9187	10,2157	-3,0 ^E -04	-2,9 ^E -05
2	19	2	21,5824	21,5823	10,0827	1,0 ^E -04	9,9 ^E -06
2	20	1	21,4458	21,4462	10,0856	-4,0 ^E -04	-4,0 ^E -05
Trempage des filtres				1			
Pas de trempage des filtres				2			

Répétition 2

essai impureté CRRI 11 avril 2008
 échantillon L

Plaque	Position	Trempage	Poids après	Poids avant	Masse cc		
			G	g		g	%
2	2	2	22,1112	22,1105	10,3855	0,0007	0,00007
2	3	2	22,2737	22,2727	10,2317	0,0010	0,00010
2	4	2	23,5011	23,5006	10,4228	0,0005	0,00005
2	5	2	21,2918	21,2915	10,3599	0,0003	0,00003
2	6	2	22,1194	22,1191	10,3153	0,0003	0,00003
Témoin sans CC							
1	5		22,2516	22,2518		-0,0002	
2	5		21,5823	21,5825		-0,0002	

Annexe 4

Cartographie des températures des deux plaques chauffantes

Plaque 1

Position

	10	9	8
7		6	5
4		3	2 1

Plaque 1	Erlen. No.									
Temps (min)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
5	30	30	31	31	32	37	36	37	39	38
20	39	39	39	38	40	44	43	42	47	43
30	101	97,9	120	107	113	122	101	101	111	112
40	109	104	125	110	121	130	114	105	115	117
50	112	109	130	115	128	133	118	108	120	122
60	120	113	138	120	131	141	125	113	124	127
70	121	115	140	121	134	143	128	115	127	128
80	123	115	143	121	135	146	129	117	128	128
90	126	119	148	125	139	152	134	123	135	135
100	131	121	154	132	144	158	138	126	140	140
110	135	125	158	136	148	160	142	130	143	143
120	138	128	160	135	151	164	146	132	144	144
135	140	132	161	139	153	166	150	135	146	146
150	144	134	162	140	156	166	150	136	148	148

Plaque 2

Position

10	9	8
7	6	5
4	3	2 1

Plaque 2	Erlen. No.									
Temps (min)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
10	36	35	35	37	42	40	39	45	59	47
25	38	37	37	40	41	40	43	53	62	47
35	128	130	125	148	131	132	134	131	137	124
45	133	136	130	152	135	137	136	138	141	128
55	135	142	135	159	165	144	139	162	146	138
65	141	147	137	163	169	149	143	167	151	138
75	143	150	138	165	170	151	144	169	152	140
85	145	150	140	166	170	153	145	170	153	142
95	145	152	140	166	171	154	147	170	154	143
105	146	153	141	167	171	154	148	171	155	144
115	146	153	141	167	172	154	148	171	156	145
125	146	153	141	168	171	155	148	170	156	145
140	147	154	142	168	172	154	148	171	156	145
155	147	154	142	168	172	156	148	171	156	145

Annexe 5

Guide des bonnes pratiques d'usinage

1. CONTROLES SPECIFICIQUES AUX CAOUTCHOUCS ISSUS DE LATEX DES CHAMPS

1.1. CONTROLE AUX CHAMPS

1.1.1 Qualité de la saignée

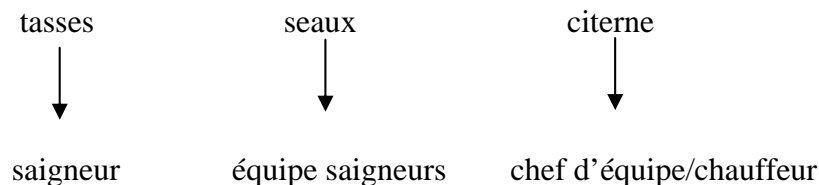
- tout changement du système de saignée doit être notifié au responsable chargé de la qualité et/ou de la production
- contrôle des contaminantes (éléments végétaux, minéraux, galerie de termites, tasses polluées, autres) sensibilisation du saigneur.

Même si le contrôle de la saignée est du domaine du service Exploitation/Plantation et non du service production/usine, il est important de mentionner ce point de contrôle car une mauvaise qualité de saignée peut entraîner des contaminants dans le latex, nécessitant un traitement ultérieur pour les éliminer.

Nota bene : une usine peut transformer un bon latex en mauvais produit, mais ne peut transformer un mauvais latex en un bon produit.

1.1.2 Récipients de collecte

- vérification de l'état « sanitaire » des récipients de collecte :



Pour éviter toute introduction de contaminants dans le latex, le respect de la propreté et du bon état des équipements doit être une règle fondamentale. Chaque intervenant (saigneurs, chefs d'équipe, chauffeurs) doit être sensibilisé à l'importance de cette procédure pour son propre matériel.

1.1.3 Efficacité de la filtration

Etat des filtres (propreté, mailles non ouvertes)

- filtre seau du saigneur → seau de pesée
- filtre seau de pesée → citerne

La filtration effectuée sur champs doit permettre d'éliminer une grande partie des contaminants. Il faut être conscient de l'intérêt d'éliminer ces contaminants au niveau de la plantation pour éviter de le faire pendant l'usinage ce qui est plus difficile et plus coûteux.

1.1.4 Qualité des produits chimiques éventuellement ajoutés

- ammoniacale ou autres produits (titrage)
- équipement du saigneur (matériel de stockage et de manipulation des produits chimiques).

Si la qualité des produits chimiques dépend du laboratoire de l'usine, le contrôle de l'état du matériel dépend du saigneur qui doit signaler tout défaut.

A ce niveau, il importe de définir la responsabilité du contrôle aux champs :

- responsabilité du Laboratoire
- responsabilité du Service Exploitation

1.2. CONTROLE DE LA RECEPTION A L'USINE

Pour assurer la traçabilité de chaque lot de caoutchouc, il est important que l'usine connaisse parfaitement **l'origine du latex réceptionné**. (Identification du latex : provenance, clone, date et système de saignée, pesée). Les points importants à contrôler sont la propreté des équipements et l'efficacité de l'homogénéisation. Il est nécessaire de bien définir la responsabilité des contrôles faits par le laboratoire d'usine, par le service « livraison » et par le personnel de production.

- état « sanitaire » des robinets, conduites, tuyaux, goulottes de réception ;
- filtres (taille, maillage, propreté des mailles) ;
- état sanitaire des bacs de réception et/ou d'homogénéisation ;
- qualité de l'homogénéisation ;
- bon fonctionnement du système d'agitation (vitesse rotation, dimension des pales/bac, durée d'agitation) ;
- prise d'échantillon après homogénéisation pour le laboratoire d'usine (matériel, quantité).

1.3. CONTROLE A LA COAGULATION

La coagulation étant considérée comme un traitement chimique, le laboratoire de l'usine doit être doté d'un équipement lui permettant de procéder aux contrôles suivants :

- quantité et qualité des produits chimiques ajoutés aux champs
- détermination du DRC avant et après dilution (si travail à DRC constant)
- mesure du pH et courbe d'acidification → document de traçabilité
- qualité des produits chimiques :
 - * eau de dilution
 - * acides (formique, acétique)
 - * additifs pour CV, couleur...

Le responsable chargé de la production doit vérifier les paramètres suivants :

- la propreté des bacs de coagulation et des tuyauteries
- le respect des niveaux de remplissage des bacs de coagulation (éventuellement contrôle du pH)
- l'aspect et le contrôle du coagulum et du sérum (pH, DRC)
- le temps de coagulation et maturation avant usinage

Remarques :

Un point clé est la qualité du mélange acide/latex qui va conduire ou non à un coagulum homogène, qualité nécessaire pour obtenir un produit homogène.

N.B. : Après maturation, le coagulum est prêt pour l'usinage. Il faut veiller à ce qu'il soit usiné dans l'ordre chronologique de coagulation.

2. CONTROLES SPECIFIQUES AUX CAOUTCHOUCS DE FONDS DE TASSES ET DE COAGULUMS

Ces contrôles concernent les phases de collecte, réception et pré-usinage des fonds de tasses. Trois points sont à respecter impérativement : propreté des équipements, élimination des contaminants, homogénéisation des matières premières. L'addition de produits chimiques dans la tasse doit être contrôlée avec soin.

2.1 CONTROLE A LA COLLECTE

La collecte des fonds de tasses et/ou des coagulum faite par le service exploitation doit faire l'objet de contrôles par les différents intervenants (saigneurs, chefs d'équipe, chauffeurs), ce qui doit permettre de livrer à l'usine des matières premières de « bonne qualité ».

- état « sanitaire » des récipients :
 - * propreté des tasses ;
 - * propreté des bacs, récipients de collecte (ramassage pour claies) ;
 - * aire de stockage aux champs (claies) ;
 - * camion de ramassage – état de la benne qui peut servir à d'autres usages ;
- conditions de stockage aux champs ;
 - * isolation du sol et protection contre le soleil et les sources de contamination ;
- élimination des contaminants visibles à chaque étape depuis la tasse jusqu'à la réception ;
 - * feuilles, pétioles, bois, terre, sable, caoutchouc oxydé ou pollué
- désagglomération des fonds de tasses et/ou coagulum
- sernamby : ramasser séparément, éliminer l'écorce et livrer séparément à l'usine ;

- le temps de stockage des fonds de tasses et/ou coagulums à la plantation doit être le plus court possible.

2.2 CONTROLE A LA RECEPTION

Une bonne gestion de la réception des matières premières est fondamentale pour obtenir une bonne régularité de la qualité du caoutchouc. En effet, du fait du grand nombre d'exploitants et des méthodes propres à chacun, la qualité et le volume des matières premières peuvent être fort variables. Il est donc nécessaire d'effectuer un « MACRO-MELANGEAGE » avant usinage pour atténuer cette variabilité. Cette opération nécessite d'identifier et de classer les différentes matières premières dans des aires de stockage spécifiques puis d'alimenter l'usine avec une composition bien déterminée de matières premières, toujours en proportions constantes par mélange de différents lots en stock.

- évaluation de la qualité :
 - * pesée ;
 - * examen visuel après déchargement et désagglomération ;
 - * nature et quantité des contaminants ;
 - . bois, feuilles, autres végétaux ;
 - . sable, pierres ;
 - . métaux, PVC ;
 - . polypropylène – polyéthylène ;
 - . faire un check-list des contaminants possibles ;
 - * classements des fonds de tasses et/ou coagulums par niveaux de propreté (faire un tri pour permettre un rejet éventuel) ;
- condition de stockage des fonds de tasses et/ou coagulums à l'usine : état du sol, protection contre le soleil (aire bétonnée et abri), éviter tout contact avec la pluie (lessivage), les flaques d'eau et la boue ;
- durée de maturation à l'usine (durée minimale, durée maximale) ;
- remplir correctement les bacs de stockage ;
- nettoyer les bacs de stockage vides avant réutilisation ;
- nettoyer les aires de stockage ;
- veiller à maintenir un stock suffisant de matières premières pour un approvisionnement régulier de l'usine.
-

La sélection de la matière première doit se faire sur la base la plus large possible.

2.3 NETTOYAGE / LAVAGE ET MELANGEAGE —→ PREMIERE ETAPE DE L'USINAGE

Sont ici concernées les opérations propres au caoutchouc de fonds de tasses avant la phase de crêpage ou de granulation finale. L'objectif de ces opérations est tout en assurant un bon mélangeage, de laver les matières premières.

Il convient de vérifier les opérations suivantes :

- qualité de l'eau qui alimente les bacs de lavage/mélangeage
- propreté de l'eau de lavage dans les bacs de mélangeage
- nettoyage des bassins de lavage trempage/décantation/homogénéisation
- propreté des machines de pré-nettoyage et de désagglomération (slabcutter, prebreaker, élévateurs à godets, convoyeurs)
- documents de maintenance (TRACABILITE)
 - * niveau d'huile – graissage —→ lubrification régulière
 - * tous les éléments coupants doivent être régulièrement contrôlés et affûtés
 - * état des contre-lames/couteaux/marteaux/grilles
 - * fréquence des vérifications (par rapport au tonnage)
- vérifier que les morceaux de caoutchouc circulent librement dans les bacs et se mélangent bien entre eux ;
- alimentation régulière des machines ;
- homogénéisation et mélangeage.

3. USINAGE DU CAOUTCHOUC DE LATEX, DU CAOUTCHOUC FONDS DE TASSES ET/OU DES COAGULUMS

Ce paragraphe traite des opérations d'usinage depuis les crêpeuses jusqu'au séchage ; le crêpage et la granulation contribuent au nettoyage et au mélangeage des matières premières de manière plus fine (« MICRO-MELANGEAGE »). Dans la pratique, les lignes d'usinage pour le caoutchouc de latex et celles des fonds de tasse et/ou coagulums sont séparées, mais le même type de machine est concerné (crêpeuse, granulateur, shredder, séchoir), chaque ligne ayant ses propres réglages définis par les procédures d'usinage.

Il convient de décrire pour chaque chaîne d'usinage, le mode d'utilisation de chaque machine dans un manuel de procédures/instructions rédigé pour l'usine concernée.

NB: dans le cadre du programme de MAINTENANCE chaque machine doit avoir son cahier d'entretien préventif. C'est un document spécifique propre à l'usine qui définit la part du contrôle effectué respectivement par les personnels de production et le service entretien.

3.1 CREPEUSES

Il est difficile de quantifier la qualité du crêpe et celle du crêpage. L'expérience de l'usiner par des critères d'appréciation (visuels ou au toucher) en fin de crêpage peut en partie y répondre. Mais le moyen le plus sûr semble être d'effectuer un contrôle du fonctionnement de la machine sur les points suivants :

- écartements des cylindres
- état des gravures
- vitesse de rotation des deux cylindres —————> rapport de friction
- alimentation en eau
- nature et quantité des contaminants retenus dans les gravures
- propreté de la machine (traces d'huile)
- épaisseur, uniformité de la couleur et texture du crêpe.

Pour cela, il convient de définir des périodes de vérification (relève du service Maintenance ou de la Fabrication).

***Note :** Pour chaque lot, contrôler et noter le nombre de passes par machine dans le cas de l'usinage manuel.*

- vérifier la qualité de l'eau utilisée ;
- alimenter les crêpeuses de manière régulière.

3.2 OUTILS DE GRANULATION

La qualité du crêpage et de la granulation a une influence sur l'efficacité du séchage, c'est pourquoi il est impératif de procéder à un examen régulier de la taille, de l'uniformité et de la propreté des granulés.

Il convient de vérifier les opérations suivantes :

- entretiens préventifs (réglage réguliers) ;
- qualité de l'eau d'alimentation ;
- propreté des bacs d'alimentation (avant /après) et des moyens de transport (bandes, convoyeurs) ;
- propreté de l'eau ;
- shredder : réglage de la contre-lame/état des gravures ;
- broyeur à marteaux : état de la grille et des marteaux ;
- rotary cutter : position des contre-lames et état de la grille (dimension des trous) ;
- extrudeuse (état de la grille) ;
- fréquence de changement de l'eau dans les bacs ;
- évaluation des contaminants (pesée, identification) ;
- vérifier la circulation des granulés dans les bacs et éviter tout bouchage/engorgement ou stagnation.

3.3 SECHAGE

Le séchage est une opération importante de l'usinage car un mauvais séchage peut annuler tous les efforts fournis depuis la plantation et pendant les opérations en amont pour maintenir un niveau de qualité satisfaisant. Cependant, une partie des problèmes de séchage (points

blancs, virgins) a pour cause l'hétérogénéité des granulés à l'entrée du séchoir et ne tient pas à la qualité ou au fonctionnement du séchoir.

Traitements chimiques éventuels

Le traitement des caoutchoucs off-latex se fait au niveau des bacs d'homogénéisation. Tous les traitements chimiques du caoutchouc issu des fonds de tasses et/ou coagulums sont réalisés entre la granulation et le séchage, soit par arrosage/aspersion, soit par immersion/trempe des granulés. Il convient dans ce cas de vérifier :

- la durée d'égouttage ;
- la durée d'arrosage ou de trempage ;
- la qualité des produits chimiques (contrôle de la concentration des solutions).

Opérations préalables à l'entrée des paniers dans le séchoir

- vérifier l'état de propreté de l'outillage de chargement (pompe Vortex, conduites, tamis vibrant, trémies, paniers, chariots) ;
- remplissage des paniers : veiller au respect de la hauteur de remplissage des paniers et à son uniformité dans tous les compartiments ;
- éviter toute agglomération excessive des granulés dans les paniers (bonne aération).
- contrôler la durée de l'égouttage avant l'entrée dans le séchoir (maximum et minimum).

Dans le séchoir :

- instrumentation du séchoir :
 - * sondes de températures,
 - * sondes hygrométriques (s'il y en a)
 - * régulateurs/thermistats,
 - * minuteries (durée des cycles).

Toutes les sondes des paramètres physiques doivent faire l'objet de contrôle régulier d'étalonnage pour éviter des dérives de fonctionnement.

- fonctionnement thermo-mécanique :
 - * état des brûleurs (entretien régulier)
 - * ventilateurs (vérification de la vitesse de l'air)
 - * vérifier la qualité du combustible.
- état général du séchoir :
 - * isolation des parois
 - * entrée/sortie d'air parasite
 - * état des joints/bavettes.

3.4 SORTIE DE SECHOIR / PESEE / PRESSAGE

Cette phase va délivrer le produit fini sous forme de balles de caoutchouc de forme et de poids bien déterminés. Il convient de vérifier les opérations suivantes :

- température des pains en sortie de séchoir (par sonde portable) avant pressage : vérifier que les granulés secs sont refroidis au-dessous de 50°C ;
- contrôle des points blancs et virgins (nombre, taille) avant et après pressage en coupant la balle en deux ;
- enlever les points blancs. S'ils sont nombreux, les balles devront faire l'objet d'un examen particulier par le responsable de l'usinage qui doit vérifier toutes les opérations en amont ;
- vérifier que le caoutchouc en sortie de séchoir n'est pas collant ;
- pesée des « pains » ;
- vérifier le chargement correct de la presse ;
- vérifier la forme de la balle pressée ;
- vérification des balances et des presses (étalonnage régulier) ;
- vérification de la pression et de la durée du pressage ;
- vérification du poids des balles (de temps en temps) ;
- couper un certain nombre de balles (selon la prescription) et inspecter l'intérieur ;
- détection des particules métalliques (contrôle périodique du fonctionnement du détecteur) ;
- toutes les balles doivent passer par le détecteur ;
- prise d'échantillon pour le contrôle de production et les spécifications (voir chap. IV), s'assurer qu'ils sont bien pris sur les balles prescrites et conformément à la norme ;
- chaque balle doit être emballée dans un sac polyéthylène conforme aux spécifications ;
- vérifier que chaque balle est identifiée (marquage).

3.5 EMBALLAGE / MISE EN PALETTE

C'est la phase de conditionnement du produit fini avant expédition ; les balles sont généralement regroupées par palettes de 36, mises dans des caisses à claire-voie (en bois, métal ou plastique).

Quelquefois, les balles sont conditionnées sous polyéthylène rétractable. Il convient alors de vérifier l'état de la housse.

- vérifier qu'il n'y a pas de signes indiquant la présence d'insectes ;
- pour chaque palette, vérifier l'état du fons (pointes) et du bois, ainsi que la nature des traitements chimiques qui doivent être conformes aux législations locales et celles des pays destinataires ;
- contrôler la manière dont sont empilées les palettes ;

- vérifier que la température interne des balles avant emballage n'est pas trop élevée (risque de ramollissement de l'enveloppe individuelle du sac et risque de soudage entre les balles dans la caisse) .
- contrôler la « forme » de la palette et sa stabilité ;
- identification de chaque palette ;
- vérifier les conditions de stockage du caoutchouc dans les palettes (à l'abri, en bonne position d'équilibre).